# **EUROPEAN PATENT OFFICE**

## Patent Abstracts of Japan

**PUBLICATION NUMBER** 

06200273

**PUBLICATION DATE** 

19-07-94

APPLICATION DATE

28-12-92

APPLICATION NUMBER

04361388

APPLICANT: COSMO OIL CO LTD;

INVENTOR: KINOSHITA SHIGEJI;

INT.CL.

: C10M169/00 //(C10M169/00 , C10M101:02 , C10M105:32 , C10M113:16 ,

C10M129:34 , C10M129:42 ) C10N 30:02 C10N 30:08 C10N 30:10 C10N 30:12

C10N 40:02 C10N 50:10

TITLE

: LUBRICATING GREASE COMPOSITION

AdSTRACT: PURPOSE: To provide the subject compsn. which is suitable for bearifigs and has an

excellent heat resistance comparable to that of the conventional clay-based grease, a

long-stable consistency, and enhanced rustproofness.

CONSTITUTION: This lubricating grease compsn. is obtd. by compounding a grease comprising 42-96.9wt.% mineral or synthetic oil as the base oil and 3-40wt.% thickener

with 0.1-8wt.% dibasic acid salt.

COPYRIGHT: (C)1994, JPO& Japio

81 /11 #

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

06-200273

(43)Date of publication of application: 19.07.1994

(51)Int.CI.

C10M169/00 C10M169/00 C10M101:02 C10M105:32 C10M129:34 C10M129:42 C10M 30:02 C10M 30:08 C10M 30:10 C10M 30:10 C10M 30:10 C10M 30:12 C10M 40:02 C10M 50:10

(21)Application number : 04-361388

(71)Applicant: COSMO SOGO KENKYUSHO:KK

COSMO OIL CO LTD

(22)Date of filing:

28.12.1992

(72)Inventor: ASAKAWA AKIRA

HOSOYA SHINICHIRO KINOSHITA SHIGEJI

### (54) LUBRICATING GREASE COMPOSITION

### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide the subject compsn. which is suitable for bearings and has an excellent heat resistance comparable to that of the conventional clay- based grease, a long-stable consistency, and enhanced rustproofness.

CONSTITUTION: This lubricating grease compsn. is obtd. by compounding a grease comprising 42-96.9wt.% mineral or synthetic oil as the base oil and 3-40wt.% thickener with 0.1-8wt.% dibasic acid salt.

## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

スモ総合研究所研究開発センター内

(74)代理人 弁理士 久保田 千賀志 (外1名)

埼玉県幸手市権現堂1134-2 株式会社コスモ総合研究所研究開発センター内

最終買に続く

・ 南部事長計算国表味: 14:81:1 -2 -30

(72)発明者 細矢 慎一郎

特開平6-200273

(43)公開日 平成6年(1994)7月19日

(51)Int.Cl.\* 識別記号 FΙ 厅内整理番号 技術表示箇所 C 1 0 M 169/00 9159-4H // (C 1 0 M 169/00 101:02 105:32 113:16 密空請求 未請求 羂求項の数1(全 6 貨) 最終頁に続く (21)出願番号 特與平4-361388 (71) 出版人 000130189 株式会社コスモ給合研究所 (22)出願日 平成 4年(1992)12月28日 東京都港区芝浦 1丁目 1 番 1 号 (71)出颐人 000105567 コスモ石油株式会社 東京都港区芝浦1丁目1番1号 (72)発明者 浅川 明 埼玉県学手市権現堂1134-2 株式会社コ

(54) 【発明の名称】 潤滑グリース組成物

### (57)【要約】

【目的】 ベアリングなどの軸受に好適な潤滑グリース 組成物であって、従来のクレイ系のグリースが有してい る程度の優れた耐熱性を有し、かつ長期間安定したちょ う度を保持し得るとともに、防錆性をも高めた潤滑グリ ース組成物を提供する。

【構成】 (a)鉱油または合成油である基油42~9 6.9重量%と、(b)増ちょう剤3~40重量%とからなるグリースに、(c)二塩基酸塩0.1~8重量%を配合する。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a)鉱油または合成油である基油42 ~96.9重量%と、

- (b) 増ちょう剤3~40重量%とからなるグリース
- (c)二塩基酸塩0.1~8 ជ量%を配合してなる潤滑 グリース組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

に好適な、防錆性を高めた潤滑グリース組成物に関す る。

### [0002]

【従来の技術】従来から多用されているグリースは、鉱 油や合成油を基油として、これに各種の増ちょう剤を配 合したものが一般的であり、増ちょう剤の種類により、 クレイ系、リチウム系、カルシウム系、ウレア系、ナト リウム系など種々のものが知られている。また、これら 各種のグリースに、防錆剤として、スルフォン酸塩、ナ フテン酸塩、ソルビタンエステルアミン、ソルビタンエ 20 ステルアミドを添加したものも知られている。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】ところで、グリース は、添加する増ちょう剤の種類によっては防銹性が劣 り、上記のクレイ系のグリースにおいても、耐熱性には 優れるものの、防錆性は、通常、劣っている。しかし、 上記のような従来の防錆剤を加えたグリースは、長期間 の使用により、ちょう度が低下し、グリースとして機能 しなくなることがある。このような実情下において、特 にベアリングなどの軸受に使用される潤滑グリースにあ 30 っては、優れた耐熱性と、優れた防錆性とを備え、かつ 長時間安定したちょう度を保持するものの開発が急務と されている。

[0004]そとで、本発明は、上記したクレイ系のグ リースが有している程度の優れた耐熱性を有し、かつ長 期間安定したちょう度を保持し得るとともに、防銷性を も高めた潤滑グリース組成物を提供することを目的とす る.

#### [0005]

【課題を解決するための手段および作用】本発明者ら は、上記の目的を達成するために、研究を重ねた結果、 特開昭57-180698号公報に開示の、高温、高荷 **虹下で優れた潤滑性を示すグリースにおいて増ちょう剤** として使用されている二塩基酸のカルシウム塩を、通常 の増ちょう剤とともに加えたところ、優れた耐熱性とち ょう度安定性を保持しつつ、極めて優れた防錆効果を発 現することを見出し、本発明の潤滑グリースを提案する に至った。

【0006】すなわち、本発明の潤滑グリース組成物

重量%と、(b) 増ちょう剤3~40重量%とからなる グリースに、(c)二塩基酸塩 O.1~8 重量%を配合 してなるととを特徴とする。

【0007】(a)成分である基油としては、鉱油また は合成油が使用できる。ただし、鉱油は、耐熱性の点で 若干劣るため、本発明では、合成油を使用することが好 ましい。これら基油の粘度は、特に限定されず、所望の 製品グリースの硬さに応じて、例えば40℃において5 ~400cStの範囲内から適宜遊択して使用すればよ 【産業上の利用分野】本発明は、ベアリングなどの軸受 10 い。基油の配合量は、増ちょう剤とともにグリースのち ょう度を決定することにより決まるが、多すぎると、グ リースのちょう度が軟らかくなりすぎ、逆に少なすぎる と、ちょう度が硬くなり、グリースとして働かなくなる ため、52~98. 9 重要%とする。

> 【0008】上記の基油としての使用に適した合成油の 具体例としては、ポリオールエステル、カルボン酸エス テル〔例えば、アジビン酸、アゼライン酸、セバシン 酸、アルケニルコハク酸、フマール酸、マレイン酸など のカルボン酸をブチルアルコール、ヘキシルアルコー ル、2-エチルヘキシルアルコール、ペンタエリスリト ール、ジオクチルアルコールなどのアルコールでエステ ル化して得られるもの)、リン酸液状エステル、アルキ レン重合体〔例えば、ブロビレン、ブチレンなどの重合 体)、アルキレンオキサイド重合体 (例えば、プロピレ ンオキサイドなどのアルキレンオキサイドを、水または エチルアルコールなどのアルコールの存在下で重合する ととにより得られる壁合体)、アルキルベンゼン、ポリ フェニル〔例えば、ピフェニル、トリフェニル〕、アル キルピフェニルエーテル、シリコン取合体「例えば、テ トラエチルシリケート、テトライソプロピルシリケー ト、テトラ(4ーメチルー2-テトラエチル)シリケー ト、ヘキシル(4-メチル-2-ペントキシ)ジシロキ サン、ポリ(メチル)シロキサン、ポリ(メチルフェニ ル) シロキサンなど] などを挙げることができ、これら は単独で、あるいは2種以上を混合して使用することが できる。なかでも、潤滑油性、高温における蒸発性、熱 安定性などの面で、エステル系の合成油が好ましい。

[0009] (b) 成分である増ちょう剤は、(a) 成 分である基油とともに本発明の潤滑グリース組成物にち 40 ょう度を付与するためのもので、配合量は、3~40重 団%、好ましくは8~20重量%とする。3重量%未満 であると、所望のちょう度が得られず、柔らかすぎの製 品グリースとなってしまい、40重量%より多いと、製 品グリースの潤滑性が低下してしまう。

【0010】上記の増ちょう剤としての使用に適した具 体例としては、との種の増ちょう剤として通常使用され ている石けん、複合石けん(ステアリン酸、マゼライン 酸などの2種類以上の石けん、あるいは塩の共品による もの)、テレフタラメート(Na-アルキルテレフタラ は、(a) 鉱油または合成油である基油52~96.9 so メート)、有機ペントナイト、シリカ、アリルウレア、

> **而孫丰莊計寫直記珠;** 14:21:1 -7 -90

ポリウレア、インダンスレン、フタロシアニン、亜硝酸 ポロン、フッ聚化合物などが挙げられる。なかでも、使 用温度が高く、耐熱性が良好で、チクソトロピー性(容 易にゲルーゾル間での転化が生じる)などの面で、有概 ベントナイトが好ましい。

【0011】(c)成分である二塩基酸塩は、上記の増ちょう剤との共存下において、本発明の潤滑グリース組成物に防輸性を付与するためのものであり、配合定は、0.1~8重量%、好ましくは0.5~5重量%とする。0.1重量%未満であると、防錆効果が低下し、8 10重量%より多くても、それに見合う防錆効果の向上は得られず、経済的に不利となる。

【0012】本発明における二塩基酸塩は、炭化水素基 と、該基に結合している2個のカルボキシル基とを有す る有機化合物であり、特に、化1の分子式で示される二 塩基酸の塩が、上記の増ちょう剤との共存下でより良好 な防錆効果を発現する上で好ましい。

[0013]

((L1) HOOC ( $CH_2$ ), COOH ( $n=4\sim18$ )

【0014】化1の分子式で示される二塩基酸の具体例は、アジビン酸、ビメリン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セパシン酸、ウンデカン二酸、ドデカン二酸、トリデカン二酸、テトラデカン二酸、ペンタデカン二酸、ヘキサデカン二酸、ヘブタデカン二酸、オクタデカン二酸、ノナデカン二酸、エイコサン二酸がある。とのうち、入手が容易で、経済的であるなどの面で、セバシン酸が好ましい。

【0015】上記の二塩基酸の塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩があり、経済性、防錆効果 30などの面で、ナトリウム塩が好ましい。

【0016】以上の(a)~(c)成分からなる本発明の潤滑グリース組成物は、必要に応じて、(c)成分以外の防錆剤、金属不活性化剤、腐食防止剤、極圧剤、構造安定剤、粘度指数向上剤、あるいは酸化防止剤や分散剤などの添加剤を配合し、グリース性能をさらに向上させることができる。

【0017】上紀の(c)成分以外の防錆剤の具体例と %)、極圧剤として炭酸がたては、石油スルホン酸のパリウム塩、各種金属(B a、Na、Ca、Mgなど)のシノニルナフタレンスル 40 【0022】製造釜内混合ホネート、各種脂肪酸のソルピタンエステルなどを、金属不活性化剤の具体例としては、ベンゾトリアゾールなどを、腐食防止剤の具体例としては、ソルピタンモノオレートなどを、極圧剤の具体例としては、以ルピタンモノオレートなどを、極圧剤の具体例としては、炭酸カルシウム、ジアルキルジチオリン酸の亜鉛塩、硫化油脂、アルキルボリサルファイドなどを、構造安定剤としての具体例としては、リン酸第二ナトリウムなどを、粘度指数向上剤の具体例としては、ポリメタアクリレート、ボリイソブチレンなどを、それぞれ挙げることができる。本発明の潤滑グリース組成物では、特に構造安定剤を加える 50 15分間この温度に保つ。

ととが好ましい。

【0018】上記の酸化防止剤や分散剤については、種類によっては、潤滑グリースの使用箇所に錆を発生させることがあるため、本発明では、酸化防止剤としては、2.6ージーtーブチルーpークレゾール、4,4'ーメチレンピス(2.6ージーtーブチルフェノール)、ジオクチルジフェニルアミン、フェニルαーナフチルアミンなどを、分散剤としては、アセトン、メタノール、エタノール、プロピレン、カーボネイトなどを使用することが好ましい。

【0019】これらの任意の添加剤の配合量は、少なすぎるとこれら任意の添加剤を添加する技術的意義が生せず、多すぎると(c)成分である二塩基酸塩の効果を阻害することがあるため、本発明では、それぞれ、0.01~10里量%とすることが好ましい。また、これら添加剤の添加時期は、ミル処理節に配合することが好ましい。すなわち、(a)成分である基油に(b)成分である増ちょう剤を分散させ、続いて(c)成分である二塩基酸の塩を添加する際に添加するか、もしくは(a)成20分と(b)成分とを混合分散させる際に添加し、続いて(c)成分を添加させ、これらの後ミル処理して本発明の潤滑グリース組成物を調製する。

【0020】なお、本発明の潤滑グリース組成物において、(b)成分である増ちょう剤として有機ベントナイトを使用すると、(c)成分である二塩基酸塩を配合する効果が特に顕著となる。

[0021]

【実施例】

実施例1

○ 混合工程→冷却工程→ミリング工程→脱泡工程からなるグリースの製造工程に沿って、次のようにして潤滑グリース組成物を調製した。先ず、混合工程において、製造益に、基油としてDOS(ディオクチルセパケート)を600g(30重量%)投入し、これに増ちょう剤として有機ベントナイト(NL Industries Inc.製商品名"ペントン27")を240g(12重量%)、分散剤としてメタノールを20g(1重量%)、極圧剤として炭酸カルシウム40g(2重量%)を加えて加熱撹拌する。

(10022) 製造釜内混合物が40~45℃になった時点で、二塩基酸塩としてセパシン酸ナトリウムを20g(1重亜%) 加え、越油を100g(5更重%) 入れ、全体を均一系にして、80℃まで昇温する。

【0023】構造安定剤としてリン酸第二ナトリウムを40g(2重量%)投入し、80℃で約80分類拌混合する。製造釜の底が見えるほど粘調となった時点で、基油を30g(1.5重量%)加える。さらに、90℃になった時点で、基油260g(13重量%)を徐々に加え、150~155℃に昇温させ、水分除去のため、約15分間との温度に保つ

前部事務部国表限: ↑4:81:1 -2 -30

[0024]次に、冷却工程において、冷却のために基 油を500g (25重量%) 加える。120℃まで降温 した時点で、金属不活性剤としてベンソトリアゾールを 0.6g(0.03重量%)を添加する。さらに、80 ℃まで降温した時点で、酸化防止剤としてジオクチルフ ェニルアミンを40g(2度量%)、構造安定剤として リン酸第二ナトリウムを10g(0.5重量%)、基油 を99.4g(4.97重量%)加え、約30分間攪拌 後、ミリング工程へ移る。

理に続いてロールミルによる処理を行ってグリース状と する。その後、脱泡工程にて、脱気し、本発明の潤滑グ リース組成物を得る。このようにして得られた本発明の \* [0026] 実施例2~3

基油、増ちょう剤、二塩基酸塩、他の添加剤の配合量 を、表1に示すように変える以外は、実施例1と同様に して、本発明の酒滑グリース組成物を調製し、とれらの 諸物性を表しに合わせて示す。

[0027]比較例1~2

二塩基酸塩に代えて、従来の防鈷剤としてBaスルフォ ネートまたは亜硝酸ナトリウムを表2に示す配合量で配 合する以外は、実施例1と同様にして、比較の潤滑グリ 【0025】ミリング工程では、コロイドミルによる処 10 ース組成物を調製し、これらの諸物性を表2に合わせて

[0028]

·【表1】

潤滑グリース組成物の諮物性を表 1 に示す。

	実施例1	実施例 2	実施例3
基油 (DOS)	79.47	78.97	76.97
増ちょう剤 (有機ペントナイト)	12	12	12
二塩基酸塩 (セパシン酸ナトリウム)	1. 0	1. 0	3. 0
金属不活性剤 (ベンゾトリアゾール)	0.03	0.03	0.03
極圧剤 (炭酸カルシウム)	2. 0	2. 0	2. 0
構造安定剤 (リン酸第二ナトリウム)	2. 5	3. 0	3. 0
酸化防止剤 (ジオクチルジフェニル アミン)	2. 0	2. 0	2. 0
分散剤 (メタノール)	1. 0	1. 0	1. 0
ちょう度 <sup>*1</sup> 泥和安定度 <sup>*2</sup> 軸受防錆試験 <sup>*3</sup> 軸受寿命試験 (時間) <sup>*4</sup> 酸化安定性 <sup>*5</sup>	289 351 1, 1, 2 1000以上 0, 3		290 345 1, 1, 1 1000以上 0. 3
$(kg/cm^2)$			<u>-</u>

\*1:JIS K2220により測定した。 \*2:JIS K2220により測定した。 \*3:ASTM D1743により行った。 \*4:ASTM D1741により行った。

\*5: JIS K2220により100℃, 100hrで測定した。

[0029]

\* \*【袋2】

	T T (202)			
	比較例 1	比較例2		
基油 (DOP)	78.97	78.97		
増ちょう剤 (有機ペントナイト)	12	12		
防錯剤				
(Baスルフォネート)	1. 0			
(亜硝酸ソーダ)	-	1. 0		
金属不活性剤 (ペンゾトリアゾール)	0.03	0.03		
極圧剤 (炭酸カルシウム)	2. 0	2.0		
構造安定剤 (リン酸第二ナトリウム)	3. 0	3. 0		
酸化防止剤 (ジオクチルジフェニル アミン)	2. 0	2. 0		
分散剤 (メタノール)	1. 0	1. 0		
ちょう度*1	290	290		
淀和安定度*2	390	348		
触受防銷試験*3	3, 3, 3	1, 1, 1		
#四文文·即成版 (MIEI)	750以上	1000以上		
酸化安定性 <sup>*5</sup> (kg/cm <sup>2</sup> )	0. 3	0.8		

\*1~5:表1と同じ

## [0030]

【発明の効果】以上詳述したように、本発明の潤滑グリース組成物によれば、クレイ系グリースと同程度の耐熱※

※性を保持するとともに、優れた防錆性をも有することができる。また、本発明の潤滑グリース組成物によれば、長期間使用しても、ちょう度が低下することがない。

(6)

特開平6-200273

50:10

(72)発明者 木下 茂治 埼玉県幸手市権現堂1134-2 株式会社コ スモ総合研究所研究開発センター内

81 /81 #

HEDWAN USA